

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-206901

(43)Date of publication of application : 08.08.1995

(51)Int.Cl.

C08B 15/08

(21)Application number : 06-308014

(71)Applicant : AKZO NOBEL NV

(22)Date of filing : 12.12.1994

(72)Inventor : BERGFELD MANFRED J
SEIFERT JUERGEN DR

(30)Priority

Priority number : 93 4342442 Priority date : 13.12.1993 Priority country : DE

(54) PRODUCTION OF LEVEL-OFF DP CELLULOSE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the subject compd. by partially hydrolyzing cellulose with water under a condition wherein only an amorphous region of a partially crystallized polysaccharide is decomposed under a specific pressure of oxygen and carbon dioxide and the polysaccharide is perfectly dissolved, to thereby reduce the chemical oxygen demand of a waste soln.

CONSTITUTION: Cellulose is partially hydrolyzed in an aq. reaction soln. in a bath liquid ratio of 1:3-1:40 within a pressure reactor using water under gas pressure of 0.1-60 bar of oxygen and/or carbon dioxide (measured at 20° C) at a temp. of 100-200° C within such a range that the partial pressures of respective gases are 30-70% of the total gas pressure under a condition decomposing only an amorphous region of a partially crystallized polysaccharide to perfectly dissolve the polysaccharide until level-off DP is achieved and the total use amt. of water and the amt. of waste water generated thereby is reduced and the CSB-value (chemical oxygen demand) of waste water is reduced to obtain the objective level-off DP cellulose.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

English abstract
of document 1)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-206901

(43) 公開日 平成7年(1995)8月8日

(51) Int.Cl.⁶

C 0 8 B 15/08

識別記号

庁内整理番号

7433-4C

F I

Document 4)

技術表示箇所

(Ji-A-7-206901)

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平6-308014

(22) 出願日 平成6年(1994)12月12日

(31) 優先権主張番号 P 4 3 4 2 4 4 2. 2

(32) 優先日 1993年12月13日

(33) 優先権主張国 ドイツ (D E)

(71) 出願人 390009612

アクゾ ノーベル ナムローゼ フェンノ
ートシャップ

AKZO NOBEL N. V.

オランダ国, 6824 ベーエム アンヘム,
フェルベルウェヒ 76

(72) 発明者 マンフレート ヨーゼフ ベルクフェルト
ドイツ連邦共和国 エアレンバッハー・メヒ
エンハルト アウグスト・ブフェファール
シュトラッセ 6

(72) 発明者 ユルゲン ザイフェルト
ドイツ連邦共和国 グロースヴァルシュタ
ット シラーリング 23

(74) 代理人 弁理士 矢野 敏雄 (外2名)

(54) 【発明の名称】 レベルーオフ DP セルロースの製法

(57) 【要約】

【目的】 セルロースの部分的加水分解によるレベルー
オフ DP セルロースの製法

【構成】 レベルーオフ DP セルロースの製法にお
いて、水性懸濁液中、機械的作用のもとで微晶性セルロ
ースまで解凝集され得るセルロースを、加圧反応器中
で、水を用いて、酸素及び／又は二酸化炭素0.1～6
0バールのガス圧(20度で測定)下、100～200
度の温度で、レベルーオフ DPが達成されるまで部分
的に加水分解をする。この部分的加水分解を0.5～3
0バールのガス圧(20℃で測定)下、140～180
℃の温度範囲で実施するのが有利である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 部分結晶多糖類の非晶質領域のみを分解するが、これを完全に溶解するという条件下で、セルロースを部分的に加水分解することにより、レベルオフ DP セルロースを製造する方法において、セルロースを、加圧反応器中で水を用いて、酸素及び／又は二酸化炭素0.1～60バール（20℃で測定）のガス圧下、100～200℃の温度で、レベルオフ DP が達成されるまで、部分的に加水分解することを特徴とする、レベルオフ DP セルロースの製法。

【請求項2】 部分的な加水分解を、0.5～30バール（20℃で測定）のガス圧下で実施することを特徴とする、請求項1に記載の方法。

【請求項3】 部分的な加水分解を140～180℃の温度範囲で実施することを特徴とする、請求項1又は2に記載の方法。

【請求項4】 セルロースを、酸素及び二酸化炭素のガス圧の下で部分的に加水分解することを特徴とする、請求項1から3のいずれかに記載の方法。

【請求項5】 各ガスの分圧は、全ガス圧の30～70%である、請求項4に記載の方法。

【請求項6】 セルロースを、水性反応浴中で、1:3～1:40の浴液比で使用することを特徴とする、請求項1から5のいずれかに記載の方法。

【請求項7】 浴液比は、1:8～1:20であることを特徴とする、請求項6に記載の方法。

【請求項8】 反応器の充填率は、その公称容量の50～90%である、請求項1から7のいずれかに記載の方法。

【請求項9】 反応を、連続運転反応器中で実施することを特徴とする、請求項1から8のいずれかに記載の方法。

【請求項10】 レベルオフ DP セルロースを、水性懸濁液中、機械力作用の下で、分解し、微晶性セルロースにすることを特徴とする、請求項1から9のいずれかに記載の方法。

必要な全水量	50 L／レベルオフ DP セルロース kg
中和された酸から	
生ずる NaCl	80 g／レベルオフ DP セルロース kg
生ずるヘミセルロース	60 g／レベルオフ DP セルロース kg
これは、	64 g／レベルオフ DP セルロース kg

のCSBに相応。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の課題は、レベルオフ DP セルロース1kg当りの必要な全水量及びそれにより生ずる排水量を徹底的に減少させ、かつ特に、生ずる排水が無機塩をもちや含有しない方法で、レベルオフ DP セルロースの、環境を害さない製法を提供することである。更に、本発明のもう1つの課題は、有機廃物のかなり高い生成及びそれに伴

*【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】レベルオフ DP セルロースの製法は、公知である（例えば、米国特許明細書（US-PS）第2978446号明細書、米国特許明細書（US-PS）第3141875号明細書及び米国特許明細書（US-PS）第3146168号明細書）。O. A. Battistaにより、その論文、"Hydrolysis and Crystallization of Cellulose"(Industrial and Engineering Chemistry, Vol. 42(1950), 502～507)中で、新たにつくられた言葉であり、かつ当業者により一般に引用されている概念である、レベルオフ DP セルロースは、温和な条件の下で、部分的に加水分解されたセルロースを包含し、特に出発セルロースの結晶子度に関連するその重合度は、LODP (Levelling-off-Polymerisation sqrad)と称され、かつ、約30～400の範囲である。

【0002】レベルオフ DP セルロースの公知製法は、原則的に、その部分結晶多糖類の非晶質領域のみを分解するが、それを完全に溶解するという条件下で、セルロースの部分的な加水分解を包含する。この際、部分的な加水分解を、酸性媒体中で硫酸、FeCl₃及び有利に、塩酸の水性溶液を用いて実施し、この場合、この処理での重合度は、出発セルロースの由来に応じて、かなり変動しうるLODPまで低下する。薬剤使用用であるために、純粋生成物に対する要求は非常に高いので、こうして得られたレベルオフ DP セルロースを、濾過により、酸もしくは塩含有の母液から分離し、かつ、酸もしくは塩不含の生成物を得るために、多量の水を用いて、かつ場合によりアルカリ性溶液の使用下で、経費をかけて洗浄する。濾過ケーキの再懸濁の後に、噴霧乾燥を実施し、その際、微細な、流動可能な最終生成物が得られる。

【0003】従来方法における1つの大きな問題は、かなりの量の汚れた排水が生じることである。実際には、今日でもしばしばその係数が、更に2～3上回り、次の量は、従来の最良の方法に典型的なものである：

*

う、この製法により生ずる排水のCSB値（化学的酸素要求量（Chemischer Sauerstoffbedarf））を減少させることである。

【0005】

【課題を解決するための手段】意外にも、本発明のこの課題は、次により解決されることが判明した：レベルオフ DP セルロースの製造のために、セルロースを、加圧反応器中で水を用いて、酸素及び／又は二酸化炭素0.1～60バール（20℃で測定）のガス圧下、

100~200℃の温度で、レベルオフ DPが達成されるまで、部分的に加水分解する。本発明の意味での酸素は、少なくとも20重量%の酸素を含有する、不活性ガスを有するガス混合物、例えば、空気である。不活性ガスが存在する場合には、その分圧の故に、そのガス混合物の使用されるべき全圧を相応して高め、それにより、所望の酸素-ガス圧を達成すべきである。

【0006】本発明方法の有利な1実施形は、部分的な加水分解を、0.5~30バール(20℃で測定)のガス圧下で実施する。レベルオフ DP セルロースの製造の際の高い反応速度及び良好な色数を達成するために、部分的な加水分解を、140~180℃の温度範囲で実施するのが殊に有利である。

【0007】本発明方法のために、原則的に、通常の製法により、そのための慣用の原料から製造される、全ての精製セルロースが好適である。例えば、針葉樹、例えば、セイヨウモミ、カラマツ及び欧州アカマツに由来する、落葉樹、例えば、ブナ、ユーカリ及びシラカバに由来する、又は一年性植物及び他の促成植物、例えばムギわら、タケ及びアシに由来する、使用可能なパルプは、亜硫酸塩-パルプ法、硫酸塩-パルプ法又は硝酸-パルプ法により製造されていてよい。しかし、精製セルロースは、セルロースを多く含有する繊維、例えば、木綿、ラミー、亜麻及び麻から得られていてもよい。再生セルロース、例えばレーヨン及びステープルファイバー並びにその分解生成物も、好適である。部分的な加水分解により得られるLODP-値は、まず第一に、前記の原料の選択に依存している。LODP-値は、針葉樹、落葉樹、一年性植物又は他の促成植物に由来し、部分的に加水分解されたパルプ類の場合には、かつセルロースを多く含有する繊維に由来する、部分的に加水分解精製されたセルロースの場合には、約200~400であり、一方、再生セルロースは、はるかに低いLODP値、例えば、30~100を生ずる。

【0008】必要な酸素の又は二酸化炭素のガス圧の非複合的使用の場合には、レベルオフ DP セルロースの製造の際に必要な全水量は、従来方法の際の501/kgの約50%、即ち、約25L/レベルオフ DP セルロースkgまで減少させることができる。本発明方法による中和要求を欠くため、塩も、もはや副産物として生じないので、それから生じる排水も、相応して塩不含である。酸素又は二酸化炭素の単独の使用は、従来技術方法に比べ、CSB-値の著しい減少、即ち、64g/kgから約30g/kg~50g/kg/レベルオフ DPセルロースkgへの減少をもたらす。更に、酸素の単独ガス圧下でのセルロースの部分的加水分解の際に、約5バールからレベルオフ DP セルロースが得られ、これは、使用された出発セルロースと比べて、明白な色の清澄さで優れているのみでなく、従来方法の典型的な収率(90~95%)を上回る、95%以上の

収率を有する。

【0009】本発明方法の殊に有利な1実施形は、セルロースを、酸素及び二酸化炭素のガス圧下で、部分的に加水分解することによる。この場合、それぞれのガスの分圧は、全圧の30~70%であるのが有利である。純粋な酸素と二酸化炭素との組合せは、従来技術の製法による収率を上回る、レベルオフ DP セルロースの収率を生ぜしめる。後者の収率は、90~95%が典型的である一方で、本発明の組合せは、一般に、95~98%の収率を生ぜしめる。殊に、酸素と二酸化炭素との組合せは、一般に、約20~30g/レベルオフ DP セルロースkgのみのCSB-値をもたらす、その結果、本製法から生ずる排水の汚染度は、有機不純物に関しても、従来方法と比較してかなり減少でき、これは、この場合に必要で、かつ慣用方法と比べて約50%減少した、方法経過からの全水量に、中和の必要がなく、無機塩がもはや導入されないこととは関係ない。更に、この組合せで、2.5バールの酸素分圧から最終生成物で、80以上のエルレホ(Elrepho)による色値が得られ、その結果、これにより得られたレベルオフ DPセルロースは、それぞれ使用された出発セルロースと比べて、明白な色の清澄化を示す。

【0010】セルロースの部分的な加水分解を、一般に、攪拌機、例えば、プロペラ攪拌機、又は他の、セルロース-加工工業で慣用の攪拌機タイプを備えている、慣用の加圧反応器中で実施する。使用出発セルロースを、まず、例えば、5×5×1mmの大きさのチップに切断し、かつチップと共に過剰な水を用いて、水性反応浴液を形成させ、これを反応条件下ですぐに繊維パルプ(パルプ)の形で予め導入する。浴液比は、広い範囲で変動することができ、一般に、1:3~1:40であってよい。一般に、本発明方法のために、浴液比は、1:8~1:20が有利である。水性反応浴液で装入された反応器の充填率は、一般に、その公称容量の50~90%である。

【0011】加圧反応器は、閉鎖系として運転してもよく、従って、本発明方法は、非連続的に実施される。この反応のために使用されるガスは、化学的にほとんど消費されないで、それをほぼ完全に、次のバッチのために再使用できる。だが、全ての量的な流出経過及び組成を一定に保持し、かつ時間的に一定に保持した反応条件下で、加圧反応器を完全に連続的に運転することも可能である。本発明の範囲では、反応を連続的に運転可能な加圧反応器中で実施するのが有利である。

【0012】本発明の方法により得られたレベルオフ DP セルロースは、従来方法による、例えば強鹼酸を用いて製造されたレベルオフ DP セルロースと同様に、全ての薬剤使用のための要求を満たし、かつ従って、殊に錠剤の製造用の助剤として、懸濁液又は熱安定なO/W-型エマルジョン用の安定剤として、及び食

品分野で使用することができる。特定の使用のために、 $1\mu\text{m}$ 又はそれより小さい粒子の寸法を、所望する場合には、自体公知の方法で、レベルオフ DPセルロースを水性懸濁液中で、機械力作用下で、解凝集させて微晶性セルロースにするのが有利である。

【0013】次の実施例で、酸素又は二酸化炭素又は双方のガスを組み合わせたものを、浴液の充填及び加圧反応器の閉鎖の後に、室温で圧入し、その際、例えば、ガスの液体中への溶解による圧力低下の場合には、所望のガス相内での所望のガス圧値が、一定に保持されるまで、ガスを後に圧入した。従って、所望のガス圧は、常に 20°C での測定温度に関連している。最後に、反応器に、2重ジャケットを介して、2重ジャケットを用いて、常にほぼ同じ加熱時間で、反応温度にし、その際、限界温度の達成を反応時間の開始と評価した。

【0014】分析的に、レベルオフ DP セルロースで、かつ方法の経過から、次のパラメーターを測定した：収率を、セルロース-秤量分及び反応生成物-計測収量の双方の値に基いて、かつそれぞれ真空条件下で、

【0015】平均重合度(=DP)の測定は、DIN 54270の1及び2部に従った。

【0016】CSB-測定を、DIN 38409により実施した：「水/排水及び引火点法に関するドイツ統一方法(Deutsches Einheitsverfahren fuer Wasser/Abwasser und Flammpunktsverfahren)」。

【0017】エルレホによる色値をツァイス社(Firma Ziess)のOberkochen, Typ "エルレホ"の装置を用いて、比較物質 BaSO_4 と比較する、フィルターR46の使用下での粉末状の試料の規約反射率測定により測定する。この測定を、DIN 53145中の記載と同様に実施する。

【0018】セルロースの酸化的損傷のための目安となり得るカルボキシル基数($^{\circ}\text{COOH}$)を、 $0.1\text{N}-\text{NaOH}$ 滴定法を用いて、予め $1\text{N}-\text{HCl}$ を用いて処理され、かつ引き続き完全脱塩水を用いて、中性まで洗浄された試料で測定した。

【0019】相対的結晶特性値(X_a)を、P.H.Hermans及びA.Weidinger(J.Appl.Phys. 19(1948)491もしくはJ.Polymer Sci. 4(1949)135)の方法に依って測定した。「相対的」とは、この場合では、数値が、その相対的な偏差内*

収率： 97.1% CSB(g/最終生成物kg)：28.1
DP：295 エルレホによる色値：78.8
 X_a ：0.69

例 2

この場合、部分的加水分解を、5.0バールの二酸化炭素-ガス圧下で実施することで変更して、例1を繰り返す*

収率： 97.0% CSB(g/最終生成物kg)：48.5
DP：302 エルレホによる色値：78.2

*で相互に比較可能なことを意味するが、絶対的な大きさを表すものではない。しかし、これは全て、相当する絶対値(例えば、公知の絶対結晶度の物質を用いた標準系を介して、得られる)とは、単に一定の関数で異なっている。

【0020】

【実施例】本発明を、次の例により詳述する。

【0021】例 1

出発セルロースとして、ドイツトウヒ(Nordische Fichte)から亜硫酸法により製造され、かつ α -セルロース-含分92.2%、1400のDP、エルレホによる色数79.4及び X_a -値0.66並びに COOH -数20ミリモル/kgを有する、市販で入手可能な化学バルブを使用した。加圧反応器として、BUECHI社の攪拌機を備えた1L-実験用-加圧装置を使用した。反応浴液を、薄層状の前記のバルブの約 $5\times 5\times 1\text{mm}$ に切断されたチップから、過剰な水中で形成し、かつ浴液比を、1:19にした。反応器を、その公称容量の約50%まで、この反応浴液で満たした。加圧反応器の閉鎖の後に、 20°C 、0.5バールで、二酸化炭素を圧入した。この後、加圧反応器を、熱伝達油を用いる2重ジャケットにより、 160°C の反応温度にし、かつこの温度の達成を、反応時間の開始とみなし、ここで、これは5時間であった。反応時間の経過の後に、加圧反応器を約60分間で、約 80°C まで冷却し、ガスを放出し、かつその後に、反応器を開けた。

【0022】反応生成物を、吸引濾過器上で濾別し、かつその後、濾過ケーキを、乾燥レベルオフ DP セルロース1kg当り、脱イオン水約5Lを用いて吸引濾過器上で洗浄した。濾過ケーキは湿った状態で、レベルオフ DP セルロースに典型的なベースト状の、「ローム状」の粘稠性を有した。この濾液で、CSB-値を測定し、かつ mg/L で確定された値を、g/得られたレベルオフ DPセルロースkgに換算した。

【0023】 60°C 、20ミリバールでの1晩の乾燥の後に、固く、ブロックとして存在する濾過ケーキを実験用粉碎機中で粉碎して、良好な流動可能な生成物にした。引き続き、これで色値、DP及び相対的結晶特性値(X_a)を測定した。得られたレベルオフ DP セルロースの特性、収率及びCSB-値は、次のとおりであった：

※した。得られたレベルオフ DP セルロースの特性、収率及びCSB-値(g/レベルオフ DP セルロースkg)は、次のとおりである：

$X_R: 0.71$

例 3

部分的加水分解を、10.0バールの二酸化炭素-ガス
圧下のおりで実施することで変更して、例1を繰り返
した。得られたレベル-オフ DP セルロースの特 *

* 性、収率、CSB-値 (g/レベル-オフ DP セル
ロースkg) 並びにカルボキシル基数は、次のとおりで
あった:

収率: 94.8% CSB (g/最終生成物kg): 36.7
DP: 318 エルレホによる色値: 78.5
 $X_R: 0.70$ °COOH: 12ミリモル/kg

例 4

反応温度を160°C、かつ反応時間を2時間に変更し
て、例1を繰り返した。更に、部分的加水分解もしくは
平均重合度の低減を、2.5バールの酸素-ガス圧下で※

※実施した。得られたレベル-オフ DP セルロースの
10 特性、収率及びCSB-値 (g/レベル-オフ DP
セルロースkg) は、次のとおりであった:

収率: 92.7% CSB (g/最終生成物kg): 31.9
DP: 303 エルレホによる色値: 79.2
 $X_R: 0.71$

例 5

平均重合度の低減を、5.0バールの酸素-ガス圧下で
実施することで変更して、例4を繰り返した。得られた★

★レベル-オフ DP セルロースの特性、収率及びCS
B-値 (g/レベル-オフ DP セルロースkg)
は、次のとおりであった:

収率: 95.9% CSB (g/最終生成物kg): 30.5
DP: 313 エルレホによる色値: 82.9
 $X_R: 0.71$

例 6

部分的加水分解を、10.0バールの酸素-ガス圧下で
実施することで変更して、例4を繰り返した。得られた☆

☆レベル-オフ DP セルロースの特性、収率及びCS
B-値 (g/レベル-オフ DP セルロースkg)
は、次のとおりであった:

収率: 97.0% CSB (g/最終生成物kg): 29.4
DP: 305 エルレホによる色値: 83.4
 $X_R: 0.71$

例 7

この例では、セルロースの部分的加水分解を、酸素と二
酸化炭素との組合せを用いて例4と同様に実施した。反
応温度は、同じく160度、かつ反応時間は2時間であ
った。酸素及び二酸化炭素の分圧は、共に2.5バール◆

◆であった。他は、例1と同様に方法を実施した。得られ
たレベル-オフ DP セルロースの特性、収率、CS
B-値 (g/レベル-オフ DP セルロースkg) 並
びにCOOH-数は、次のとおりであった:

収率: 98.2% CSB (g/最終生成物kg): 28.5
DP: 318 エルレホによる色値: 80.8
 $X_R: 0.72$ °COOH: 13ミリモル/kg

例 8

酸素及び二酸化炭素の分圧をそれぞれ5.0バールに変
更して、例7を繰り返した。得られたレベル-オフ D*

* P セルロースの特性、収率及びCSB-値 (g/レ
ベル-オフ DP セルロースkg) 並びにCOOH-数
は、次のとおりであった:

収率: 96.1% CSB (g/最終生成物kg): 20.9
DP: 312 エルレホによる色値: 81.6
 $X_R: 0.72$ °COOH: 14ミリモル/kg

例 9

酸素及び二酸化炭素の分圧をそれぞれ10.0バールに
変更して、例7を繰り返した。得られたレベル-オフ ※

※ DP セルロースの特性、収率及びCSB-値 (g/レ
ベル-オフ DP セルロースkg) は、次のとおりで
あった:

収率: 95.3% CSB (g/最終生成物kg): 30.1
DP: 308 エルレホによる色値: 84.1
 $X_R: 0.71$

例 10

この例では、パルプの部分的加水分解を、酸素と二酸化
炭素との組合せを用いて、3L-BUECHI-実験用

-攪拌オートクレーブ中、180°Cの反応温度、15分
間の反応時間で実施した。酸素及び二酸化炭素の分圧
50 は、共に2.5バール(20°Cで測定)であり、反応温

度180℃での全圧は、20.6バールであった。他は、例1と同様に方法を実施した。得られたレベルオフ DP セルロースの特性、収率及びCSB-値 (g*

収率 95.4%

DP: 315

X_R: 0.69

CSB (g/最終生成物kg): 31.4

エルレホによる色値: 83.1

*COOH: 12ミリモル/kg

例 11

この場合、部分的加水分解を5.0バールの酸素-ガス圧 (20℃で測定) 下、1:10の溶液比で実施するこ

※間の間に、反応温度180度での全圧は、17.9バールであった。得られたレベルオフ DP セルロースの特性、収率及びCSB-値 (g/レベルオフ DP セルロースkg) は、次のとおりであった:

収率: 95.8%

DP: 308

X_R: 0.70

CSB (g/最終生成物kg): 43.8

エルレホによる色値: 81.3

例 12

工業実験では、バルブの部分的加水分解を、5.0バールの酸素ガス圧 (他と同様に20℃で測定) 下、100L-規模で、1:19の溶液比で実施した。この場合、反応器としては、Friedrichsfeld社の、傾斜羽根攪拌機を備えた150L-チタン-圧力オートクレープを使用した。この場合も、加熱を、熱伝達油を用いる2重ジャケットにより実施した。反応温度は、180℃、この場合の全圧は、17.0バール、かつ反応時間は、0.5★

★hであった。

【0024】得られた反応生成物を、水5L/生成物kgを用いての遠心分離機-洗浄の後に、噴霧乾燥させ、かつ米国薬局方 (US-Pharmacopeia) 中の、薬剤使用のために使用すべき微晶性セルロースのために記載されているような、仕様試験を実施した。得られた結果を、既成の、市場で入手できる生成物、FMC Corp. 社 (米国、フィラデルフィア) のAvicel PH 101と比較して、次の表に示す:

表 1: レベルオフ DP セルロースの仕様試験
(米国薬局方による仕様書XXI、NF XVI 1546頁)

仕様	市販の比較物質 (Avicel PH 101)	本発明方法による 試料 (例12)
粒度		
<1% 250μm	0.0%	0.2%
<30% 75μm	9.9%	16.2%
平均粒度 [μm]	45.1	47.6
水含分		
<6重量%	4.5%	4.7%
pH-値		
5.5~7.0	6.1	5.5
水溶解性分		
<0.16重量%	0.13%	0.07%
エーテル溶解性分		
<0.05重量%	0.005%	0.003%
でん粉		
検出不可	+	+
沈降		
3h不発生	+	+

11

12

灰分含量		
<0.1重量%	0.05%	0.03%
エルレホによる白色度・	78.8	82.6
塩素含量 [ppm]・	140	76
DP・	283 \pm 10	295 \pm 10

+=規格内

・=米国薬局方による仕様ではないが、重要な比較パラメーター

これにより、例12により得られた生成物は、比較生成*

*物に対して、部分的に優れているといえる。得られたシ
 ベル-オフ DP セルロースの他の特性は、次のとお
 りであった:

収率: 95.3% CSB (g/最終生成物kg): 41.6
 DP: 295 エルレホによる色値: 82.6
 X_n: 0.73